



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.40—2007

代替 GB/T 223.39—1994 和 GB/T 223.40—1985

钢铁及合金 铌含量的测定 氯磺酚 S 分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of niobium content
by the sulphochlorophenol S spectrophotometric method

2007-03-09 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 铌 含 量 的 测 定
氯 磺 酚 S 分 光 光 度 法

GB/T 223.40—2007

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 西 城 区 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号

邮 政 编 码 : 100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电 话 : (010)51299090、68522006

2007 年 8 月 第 一 版

*

书 号 : 155066 · 1-29702

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68522006

前 言

GB/T 223 的本部分是对 GB/T 223.39—1994《钢铁及合金化学分析方法 氯磺酚 S 光度法测定铌量》和 GB/T 223.40—1985《钢铁及合金化学分析方法 离子交换分离-氯磺酚 S 光度法测定铌量》的整合修订。

本部分自实施之日起,代替 GB/T 223.39—1994《钢铁及合金化学分析方法 氯磺酚 S 光度法测定铌量》和 GB/T 223.40—1985《钢铁及合金化学分析方法 离子交换分离-氯磺酚 S 光度法测定铌量》。

本部分此次修订,名称改为《钢铁及合金 铌含量的测定 氯磺酚 S 分光光度法》。由于 GB/T 223.40—1985《钢铁及合金化学分析 离子交换分离-氯磺酚 S 光度法测定铌含量》很少使用,经分委员会讨论决定,将其取消,仅对 GB/T 223.39—1994《钢铁及合金化学分析 氯磺酚 S 光度法测定铌含量》进行了修订。修订中,增加了“2 规范性引用文件”、“5 仪器”、“6 取制样”、“10 试验报告”等章节及内容,并对下列条文进行了修改:

- 原 1,现为 1(修改本章名称);
- 原 2,现为 3(修改本章名称);
- 原 3,现为 4(增加了分析中对试剂和水的说明内容并修改溶液浓度的表示方法);
- 原 4,现为 7(修改称取试料量的表示并增加了“7.2 空白试验”一条);
- 原 5,现为 8(修改本章名称、结果计算式及式中量的单位);
- 原 6,现为 9(规范精密度函数式的说明)。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由国家标准化管理委员会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:中国钢研科技集团公司。

本部分参加起草单位:成都无缝钢管厂。

本部分主要起草人:唐本玲、戴任致。

本部分 1985 年首次发布,1994 年第一次修订。

钢铁及合金 铌含量的测定

氯磺酚 S 分光光度法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用氯磺酚 S 分光光度法测定铌含量。

本部分适用于碳钢、低合金钢中质量分数为 0.010%~0.50% 铌含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用标准,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些标准的最新版本。凡是不注日期的引用标准,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 原理

试样经酸溶解后,经酒石酸煮沸络合钨、钼、钽、铌等。在盐酸介质中加入氯磺酚 S 与铌形成蓝色络合物,以氢氟酸褪色后的溶液作参比,于波长 660 nm 处测量吸光度。

显色液中有 25 μg 以上的钼量时有干扰。

4 试剂

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 乙醇,分析纯。

4.2 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。

4.3 盐酸,1+1,以 ρ 约 1.19 g/mL 的盐酸稀释。

4.4 氢氟酸,1+3,以 ρ 约 1.15 g/mL 的氢氟酸稀释。

4.5 硫酸-磷酸混合酸

将 160 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL)小心地倒入 760 mL 水中,稍冷。加入 80 mL 磷酸(ρ 约 1.70 g/mL),混匀。

4.6 酒石酸溶液,300 g/L。

4.7 乙二酸四乙酸二钠(EDTA)溶液,10 g/L。

4.8 氯磺酚 S 溶液,0.5 g/L。

4.9 铌标准溶液,100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 0.1431 g 预先于 950 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 30 min 以上并在干燥器中冷却至室温的五氧化二铌(质量分数为 99.5% 以上),置于 50 mL 瓷坩埚中,加 5~7 g 焦硫酸钾,放入高温炉中,在 650 $^{\circ}\text{C}$ 熔融至透明,冷却。置于 300 mL 烧杯中,用 70 mL 酒石酸溶液(4.6)浸取熔块,煮沸至熔块全部溶解。稍冷。加 100 mL 硫酸(1+1),冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。